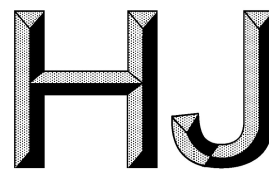


附件 2



中华人民共和国国家生态环境标准

HJ××××-20××

核电厂液态流出物 总 β 放射性测量 标准曲线法

Analytical method of gross β in liquid effluent of nuclear power plant

—Standard curve method

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

生 态 环 境 部 发布

目 次

前言	II
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	2
7 样品	2
8 分析步骤	2
9 计算结果与表示	3
10 精密度和准确度	4
11 质量保证和质量控制	5
12 废物处理	5
13 注意事项	5
附录 A（资料性附录）正确使用本标准的说明	6

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国放射性污染防治法》《中华人民共和国核安全法》，规范核电厂液态流出物总 β 放射性活度浓度的测量方法，制定本标准。

本标准规定了核电厂液态流出物总 β 放射性活度浓度的测量方法。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部核设施安全监管司、法规与标准司组织制订。

标准主要起草单位：生态环境部辐射环境监测技术中心（浙江省辐射环境监测站）。

本标准由生态环境部于 20××年××月××日批准。

本标准自 20××年××月××日起实施。

本标准由生态环境部解释。

核电厂液态流出物 总β放射性测量 标准曲线法

警告：实验中使用的硝酸和微量放射性物质具有腐蚀性、毒性或放射性，整个实验过程应在流出物实验室完成，样品前处理应在通风柜内进行，操作时应佩戴防护器具，避免吸入呼吸道和接触皮肤、衣物。

1 适用范围

本标准规定了核电厂运行状态下液态流出物总β放射性活度浓度的测量方法。

本标准适用于核电厂运行状态下液态流出物总β放射性活度浓度的测量，事故状态下参考使用。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是未注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 8999 电离辐射监测质量保证通用要求

GB 11217 核设施流出物监测的一般规定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 11682 低本底α和/或β测量仪

HJ 493 水质 样品的保存和管理技术规定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准

总β放射性

总β放射性是指核电厂液态流出物中各种核素的β放射性活度浓度的总和，它不包括³H、¹⁴C的放射性贡献。

4 方法原理

将核电厂液态流出物样品直接蒸发浓缩在样品盘中，然后于105℃烘干，制成样品源，在低本底α/β测量仪上测量总β计数。

用已知总β放射性活度浓度的标准溶液，制备成一系列不同质量厚度的标准源，测量仪器的总β探测效率，绘制质量厚度-总β探测效率曲线。将样品源在相同几何条件下测量总β计数率，由样品源的质量厚度在总β计数效率曲线上查出对应的探测效率，计算核电厂液态流出物总β放射性活度浓度。

5 试剂和材料

本标准所用试剂除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验室用水不低于 GB/T 6682 二级水或同等纯度的水。

5.1 硫酸钙 (CaSO_4): 优质纯。

5.2 浓硝酸 (HNO_3): $\rho=1.42 \text{ g/ml}$ 。

5.3 硝酸 (HNO_3): 50 % (V/V)。

5.4 ^{137}Cs 标准溶液: (1~10) Bq/g。

5.5 样品盘: 能抗试剂腐蚀的金属制品, 样品盘的直径应与探测器灵敏区直径及仪器内放置测量源的托架相匹配。

6 仪器和设备

6.1 低本底 α/β 测量仪: 应符合 GB/T 11682 规定的 I 级或 II 级要求。

6.2 分析天平: 分度值不超过 0.1 mg。

6.3 红外灯。

6.4 电热恒温干燥箱。

7 样品

7.1 核电厂液态流出物采样方法按 GB11217 规定执行。采样容器用聚乙烯瓶, 采样量约 30 ml。

7.2 样品采集后按照 HJ 493 的规定, 用硝酸 (5.2) 酸化至 pH 1~2, 盖紧瓶盖, 样品应尽快分析测量。

8 分析步骤

8.1 把 10 ml 样品分一次或多次 (每次增加少许, 使样品覆盖样品盘底部) 直接加入一个称过重量并测过 β 本底计数率的样品盘 (5.5) 中。在红外灯下蒸发至干。

8.2 将样品盘 (8.1) 放入培养皿中, 在电热恒温干燥箱中 (6.4), 105 °C 烘干 30 min, 移入干燥器中, 冷却至室温后称重, 计算样品的质量厚度, 计数前一直保持干燥。

8.3 将样品盘放在低本底 α/β 测量仪上 (6.1), 测量总 β 计数。

8.4 仪器效率曲线

8.4.1 总 β 标准溶液的制备

称取 0.25 g 硫酸钙 (5.1) 于 150 ml 烧杯中, 加 80 ml 去离子水, 加 1 ml 硝酸溶液 (5.3), 搅拌, 使其溶解。在 100 ml 容量瓶中, 加入 5 g (准确至 0.0001 g) ^{137}Cs 标准溶液 (5.4), 将上述

硫酸钙溶液转入该容量瓶中，加去离子水稀释至容量瓶刻度线，得总β标准溶液。标准溶液的总β放射性活度浓度（ A ）计算公式如下：

$$A = \frac{A_0 \times m}{100} \dots\dots\dots (1)$$

式中： A ——标准溶液的总β放射性活度浓度，Bq/ml；

A_0 —— ^{137}Cs 标准溶液活度浓度，Bq/g；

m —— ^{137}Cs 标准溶液重量，g；

100——容量瓶体积，ml。

8.4.2 仪器效率曲线的绘制

分别吸取 2 ml、5 ml、10 ml、20 ml、40 ml 总β标准溶液（8.4.1）于已测β本底计数率并称重的样品盘（5.5）中，使溶液完全覆盖测量盘底部（如样品体积不够，可添加适量去离子水），在红外灯下蒸干后，放在培养皿中，在 105 °C 烘箱中烘干 30 min，移入干燥器中，冷却至室温后称重，减去测量盘重量，得样品盘中残渣重量（源重）。

将制备好的一系列标准源分别置于低本底α/β测量仪上，测量总β计数，并按公式（2）计算总β探测效率。

$$\varepsilon_\beta = \frac{n_s - n_0}{A \times V_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中： ε_β ——总β探测效率， $\text{s}^{-1} \cdot \text{Bq}^{-1}$ ；

n_s ——标准源的总β计数率， s^{-1} ；

n_0 ——β本底计数率， s^{-1} ；

A ——标准溶液总β放射性活度浓度，Bq/ml；

V_1 ——总β标准溶液体积，ml。

由低本底α/β测量仪的总β探测效率 ε_β （纵坐标）与相对应的烘干后样品盘中残渣量的质量厚度（ mg/cm^2 ）（横坐标）作图，绘制出低本底α/β测量仪质量厚度与总β探测效率曲线或拟合经验公式。

9 计算结果与表示

9.1 计算

液态流出物中总β放射性活度浓度，按照公式（3）进行计算。

$$A_\beta = \frac{n_x - n_0}{\varepsilon_\beta V_2} \dots\dots\dots (3)$$

式中： A_β ——液态流出物总β放射性活度浓度，Bq/L；

n_x ——样品源的总 β 计数率, s^{-1} ;

n_0 —— β 本底计数率, s^{-1} ;

ε_β ——与样品源质量厚度相对应的低本底 α/β 测量仪 β 探测效率, $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$;

V_2 ——测量样品体积, L。

9.2 方法的探测下限

本方法的探测下限按公式(4)计算:

$$MDC = \frac{4.66}{\varepsilon_\beta V_2} \sqrt{\frac{n_0}{t_0}} \dots\dots\dots (4)$$

式中: MDC ——总 β 放射性活度浓度探测下限, Bq/L;

ε_β ——与样品源质量厚度相对应的低本底 α/β 测量仪 β 探测效率, $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$;

V_2 ——测量样品体积, L;

n_0 —— β 本底计数率, s^{-1} ;

t_0 ——本底测量时间, s。

9.3 结果表示

当测量结果 <1 Bq/L 时, 保留小数点后 2 位, 测量结果 ≥ 1 Bq/L 时, 保留 3 位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

六家实验室对总 β 放射性活度浓度分别为 4.43 Bq/L, 27.5 Bq/L 和 148 Bq/L 的核电厂液态流出物样品进行了 6 次重复测量。

实验室内相对标准偏差范围分别为: 3.4 %~12 %, 1.6 %~3.7 %和 1.3 %~2.1 %。

实验室间相对标准偏差分别为: 5.0 %, 3.8 %和 4.7 %。

重复性限为: 0.93 Bq/L, 2.1 Bq/L 和 7.3 Bq/L。

再现性限为: 1.1 Bq/L, 3.5 Bq/L 和 20 Bq/L。

10.2 准确度

10.2.1 加标回收率测量

六家实验室对总 β 放射性活度浓度加标量分别为 3.71 Bq/L、16.1 Bq/L 和 99.0 Bq/L 的核电厂液态流出物样品进行了 6 次重复测量。

加标回收率范围分别为：93.5 %~112 %、96.3 %~116 %和 82.8 %~114 %；

加标回收率最终值：102 %±12.8 %、108 %±13.6 %和 100 %±24.6 %。

10.2.2 有证标准物质测量

六家实验室对总β放射性活度浓度分别为 2.46 Bq/L、24.7 Bq/L 和 115 Bq/L 的有证标准物质进行了 6 次重复测量。

相对误差范围分别为：8.94 %~18.3 %、0 %~13.0 %、2.61 %~19.7 %。

相对误差最终值分别为：15.7 %±7.2 %，2.2 %±3.2 %，13.3 %±12.4 %。

11 质量保证和质量控制

11.1 在分析测量过程中应注意防止样品之间交叉污染。

11.2 应进行平行样和空白样测量，有条件的可开展掺标样分析，质量控制样品数按照 GB 8999 执行。

11.3 计量器具（含标准物质）须定期检定（或校准），在检定（或校准）周期内应定期作期间核查。

12 废物处理

实验中剩余的核电厂液态流出物应集中收集，做好标识，由核电厂统一回收。

13 注意事项

13.1 采样人员、样品运输人员及分析测量人员在接触流出物样品或进入流出物实验室时应做好辐射防护，穿戴专用实验服、实验鞋、手套与口罩等防护用品。

13.2 核电厂液态流出物前处理必须在负压通风柜内进行，在通风柜内装备水蒸汽回收装置，减少氡对实验室的污染。

附录 A

(资料性附录)

正确使用本标准的说明

A.1 典型条件下 (β 本底计数率: 0.016 s^{-1} 、测量时间: 60000 s 、总 β 探测效率: $0.41 \text{ s}^{-1} \cdot \text{Bq}^{-1}$ 、测量样品体积: 0.01 L)，核电厂液态流出物总 β 放射性活度浓度探测下限为 0.6 Bq/L 。

A.2 β 本底计数率测量方法: 取 10 ml 去离子水, 分一次或多次 (每次增加少许, 使样品覆盖样品盘底部), 加入一个称过重量的样品盘 (5.5) 中。按 8.1~8.3 操作, 测量 β 计数率。